

Министерство образования и науки РФ

ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

УДК 669.017.3

УТВЕРЖДАЮ  
Проректор по науке  
\_\_\_\_\_ Кружаев В.В.  
«\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2013

## ОТЧЕТ

### О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.1.2.2.3 Плана реализации мероприятий Программы развития УрФУ на  
2013 год

ПО ТЕМЕ:

Влияние интенсивных пластических деформаций на фазовый состав и свойства аустенитных  
сталей различного легирования  
(Заключительный)

Зав.кафедрой

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

Гервасьев М.А.

Научный руководитель

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

Мальцева Л.А.

Исполнитель

\_\_\_\_\_  
(подпись, дата)

Храмцова К.Д.

Екатеринбург 2013

## РЕФЕРАТ

1. ФИО автора:

Храмцова Ксения Дмитриевна

Khramtsova Ksenia Dmitrievna

2. Аннотация: В работе проведен сравнительный анализ влияния интенсивной пластической деформации РКУ-прессованием, давлением со сдвигом и волочением на формирование субмикrokристаллической структуры коррозионностойкой метастабильной аустенитной стали на Fe-Cr-Ni-основе и ее способность достигать высокопрочного состояния в результате каждого из реализованных видов ИПД.

Annotation: The comparative analysis of influence of severe plastic deformation by Equal-Channel Angular Pressing by pressure through shift and by drawing on forming submicrocrystalline structure of corrosion-resistant metastable austenitic Fe-Cr-Ni-based steel and its capability to reach the high-strength state in result of each realized type of SPD has been carried out.

3. Ключевые слова: метастабильные аустенитные стали; интенсивная пластическая деформация; субмикrokристаллическая структура.

Keywords: metastable austenitic steels; severe plastic deformation; submicrocrystalline structure.

4. Тема отчета: Влияние интенсивных пластических деформаций на фазовый состав и свойства аустенитных сталей различного легирования.

The influence of severe plastic deformation on phase composition and properties of austenitic steels with various alloying

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ .....	4
МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ .....	5
РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ .....	6
1. Равноканальное угловое прессование .....	6
2. Волочение .....	7
3. Давление со сдвигом.....	10
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	11
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	12
ПРИЛОЖЕНИЕ .....	13

## ВВЕДЕНИЕ

Аустенитные стали в закаленном состоянии имеют достаточно высокие значения относительного удлинения и относительного сужения, это позволяет проводить холодную пластическую деформацию с высокими степенями обжатия. Пластичность и технологичность в процессе холодной пластической деформации связана с реализацией TRIP-эффекта, что вызывает релаксацию пиковых напряжений и позволяет увеличить суммарную степень обжатия без проведения промежуточных (смягчающих) отжигов при производстве проволоки тонких сечений и достигнуть высокопрочного состояния.

В настоящее время используются различные способы интенсивной пластической деформации (ИПД): РКУ-прессование, кручение под высоким давлением, всесторонняя ковка, циклическая экструзия, волочение и т.д. Исследование на установке Бриджмена позволяет оценить потенциальную возможность деформирования материала в условиях сжатия со сдвигом. Методом РКУП можно получать заготовки больших диаметров с субмикроструктурной структурой, обладающие высоким комплексом физико-механических свойств. Данные заготовки, по-видимому, возможно дополнительно подвергать ХПД волочением или механообработке для получения изделий меньшего размера [1,2]. В результате ИПД волочением получают длинномерные проволочные заготовки только малого диаметра, что связано с ограничениями по сечению используемой катанки и также определяется типом стана.

Применяемые в настоящее время в промышленности метастабильные аустенитные стали (12X18H10T и т.п.) имеют недостаточную пластичность и технологичность, которые накладывают ограничения на суммарную степень обжатия при деформации. Для производства тонкой и тончайшей проволоки нами была разработана практически безуглеродистая коррозионностойкая метастабильная аустенитная сталь 03X14H11K5M2ЮТ<sup>1</sup>, обладающая TWIP и TRIP-

---

<sup>1</sup> Патент РФ №2252977 от 27.05.2005 г.

эффектами, которые определяют ее пластичность, что позволяет проводить ХПД с чрезвычайно высокими степенями обжатия [3].

Целью данного исследования являлся сравнительный анализ влияния различных методов интенсивной пластической деформации (ИПД) на структурообразование и свойства аустенитной метастабильной стали.

Исследуемая метастабильная аустенитная сталь имеет следующий состав (масс.%):  $\leq 0,03$  C,  $\sim 14,00$  Cr, 11,10 Ni, 5,10 Co, 2,60 Mo, 0,30 Ti, 0,80 Al, 0,30 Mn+Si, остальное Fe.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Сталь выплавляли в индукционной печи на основе чистых шихтовых материалов и армко-железа, разливали в слитки по 10-20 кг. После гомогенизирующего отжига при  $1200^{\circ}$  C в течение 6 ч слитки зачищали и ковали в прутки  $\varnothing 14$  мм, из которых вытачивали заготовки  $\varnothing 10$  мм.

*Механические испытания* проводили как на проволочных, так и на стандартных образцах в соответствии с требованиями ГОСТ 1579-93. При этом на проволочных образцах определяли временное сопротивление при разрыве ( $\sigma_b$ , МПа), относительное удлинение ( $\delta$ , %), относительное сужение поперечного сечения при разрыве ( $\psi$ , %). Микротвердость измеряли автоматическим подсчетом результатов, компьютерным построением кривых изменения микротвердости в заданном направлении на твердомере Micromet 5103, а также на твердомере ПМТ-3. Каждую характеристику механических свойств определяли как средний результат 5..10 измерений.

*Микроструктурные исследования* проводили на оптическом микроскопе OLYMPUS JX-51 при увеличениях 200 и 500 крат. *Электронно-микроскопические исследования* – на микроскопах JEM-200CX и JSM-5610LV. Кроме того, с помощью *рентгеноструктурного* анализа с использованием монохроматизированного  $K_{\alpha}$ -излучения хромового анода изучали фазовый состав сталей. Содержание ОЦК- и ГЦК-фаз определяли методом гомологических пар.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

### 1. Равноканальное угловое прессование

Метод равноканального углового прессования проводили на установке в Институте физики перспективных материалов УГАТУ. В процессе РКУ-прессования для структурообразования весьма важными являются направление и число проходов заготовки через каналы. Используемая в данной работе установка позволила провести деформацию образцов диаметром 10,0 мм и длиной 60,0 мм за 4 и 6 проходов при помощи оснастки с углом пересечения каналов  $120^\circ$  и реализации маршрута  $B_c$  при температуре  $325^\circ\text{C}$ . Данный маршрут ( $B_c$ ) подразумевает, что после каждого прохода заготовка поворачивается вокруг своей продольной оси на угол  $90^\circ$ . Проход при прессовании приводит к изменению направления сдвига; при этом плоскость сдвига поворачивается на угол  $120^\circ$ .

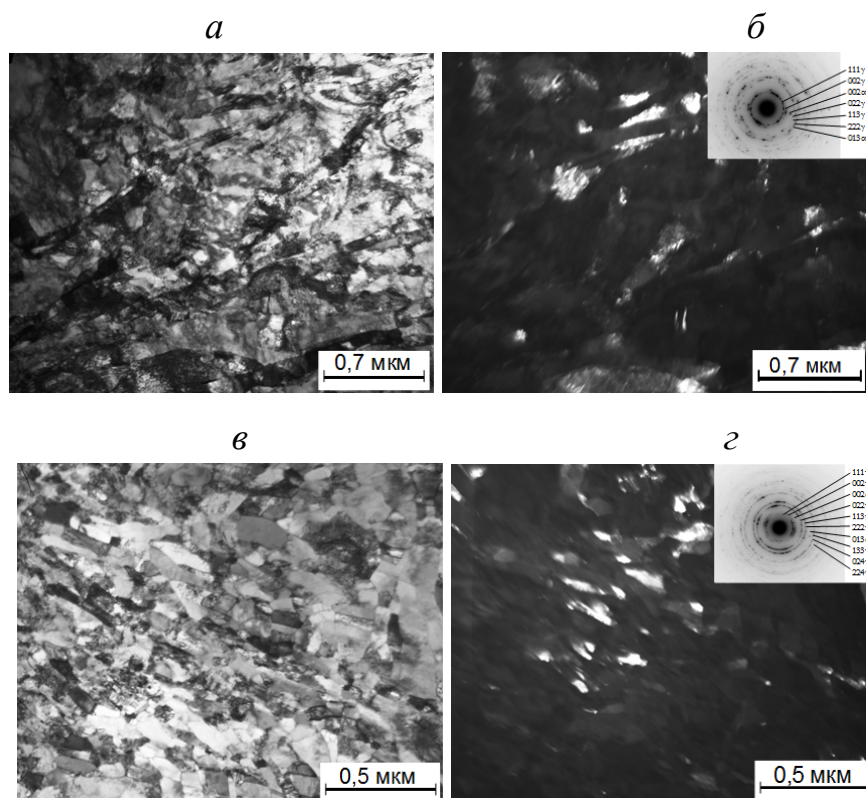
РКУ-прессование как при 4, так и при 6 проходах способствует существенному повышению прочностных характеристик и некоторому снижению пластических свойств (табл. 1). Рост прочностных свойств при увеличении числа проходов от 4 до 6 незначителен.

Таблица 1. Механические свойства стали 03X14H11K5M2ЮТ

Режим обработки	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\Psi$ , %	НВ
Закалка от $1000^\circ\text{C}$	280	560	60	83	200
РКУП по режиму $B_c$ , $N=4$	430	820	42	74	390
РКУП по режиму $B_c$ , $N=6$	480	935	38	68	400
РКУП по режиму $B_c$ , $N=4$ и последующее старение при $500^\circ\text{C}$ , 1 ч	980	1010	9	52	-
РКУП по режиму $B_c$ , $N=6$ и последующее старение при $500^\circ\text{C}$ , 1 ч	960	1025	8	48	-

Несмотря на то, что РКУП проводили при  $T = 325^\circ\text{C}$ , в структуре исследуемой стали протекают  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha$  и  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения, как при проведении 4, так и 6 проходов. Наблюдается повышенная плотность дислокаций, мелкие

разноориентированные микрокристаллиты размером от 100 нм (4 прохода) до 50 нм (6 проходов). Электронограммы имеют почти кольцевое распределение. Анализ темнопольных изображений свидетельствует о наличии кристаллов мартенсита (рис. 1).



**Рис. 1.** Структура стали после РКУП: *а, б* – 120°, 4 цикла, *в, г* – 120°, 6 циклов (*б, г* – темнопольные изображения в рефлексе  $(002)_\alpha$ )

По данным рентгеноструктурного анализа, количество мартенсита после РКУ-прессования достигало 50% (6 оборотов). Последеформационное старение исследуемой стали привело к существенному дополнительному повышению прочностных свойств вследствие распада пересыщенного ОЦК-твёрдого раствора ( $\alpha$ -мартенсита).

## 2. Волочение

Сталь после закалки от 1000 °С в воду была протянута без промежуточных отжигов с диаметра 8,0 на 0,88 мм. Истинная деформация ( $\epsilon$ ) при этом составила порядка 4. По маршруту волочения были отобраны образцы.

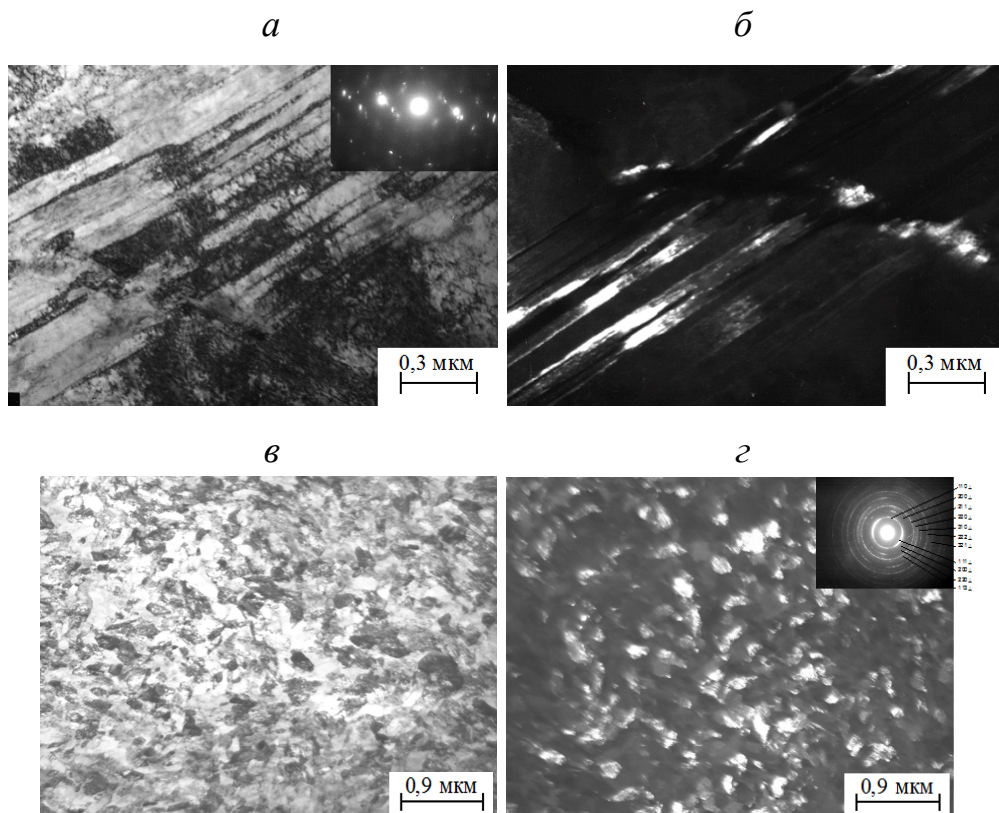
Таблица 2. Механические свойства стали после ИПД волочением

Обработка	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %	HV
ИПД, $e = 2,32$	1500	1300	3	70	350
ИПД, $e = 4,0$	2450	2200	1,5	43	-
ИПД, $e = 2,32$ + старение 500 °С	2300	1800	3	45	580
ИПД, $e = 4,0$ + старение 500 °С	2650	1950	1,5	38	-

В процессе холодного волочения исследуемой стали формируется аксиальная текстура. Основная ориентировка в аустенитной матрице возникает по направлению  $\langle 111 \rangle$ , она дополняется второй компонентой типа  $\langle 100 \rangle$ , параллельной оси проволоки. Подобная ориентировка является типичной для металлов и сплавов с ГЦК решеткой, имеющих пониженную энергию дефектов упаковки. При значительной деформации (когда объемная доля мартенсита в структуре становится заметной) удастся, кроме того, зафиксировать преимущественную ориентировку кристаллов  $\alpha$ -твердого раствора по направлению  $\langle 110 \rangle$ .

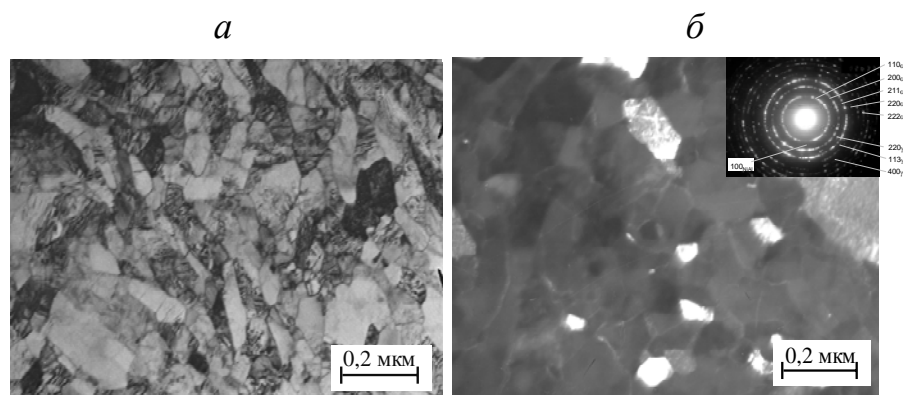
Проведенные исследования эволюции структурообразования исследуемой стали в процессе деформации показали, что до степеней деформации  $\sim 40\%$  ( $e = 0,52$ ) в структуре стали присутствуют многочисленные дефекты упаковки, двойники и  $\varepsilon$ -мартенсит (рис. 2, а, б). При дальнейшем увеличении степени обжатия в структуре появляется мартенсит деформации, количество которого возрастает с увеличением степени холодной пластической деформации и при  $e \sim 4,0$  количество образовавшегося мартенсита достигает 98%, кристаллы мартенсита имеют субмикроскопический размер  $\approx 50$  нм и меньше (рис. 2 в, г). Прочностные свойства исследуемой стали при данной деформации увеличиваются в 3-4 раза (табл. 2).





**Рис. 2.** Тонкая структура стали после закалки (от 1000 °С) и деформации:  
*а, б* – деф. 30% (*б* – темнопольное изображение в рефлексе  $\varepsilon$ -фазы  $(12.4)_\varepsilon$ ),  
*в, г* – деф.  $e = 2,32$  (*г* – темнопольное изображение в рефлексе  $\alpha$ -фазы  $(110)_\alpha$ )

Последеформационное старение приводит к значительному повышению прочностных свойств ( $\Delta\sigma_b = 800$  МПа) вследствие распада пересыщенного ОЦК-твердого раствора с выделением интерметаллидной фазы NiAl (рис. 3).



**Рис. 3.** Микроструктура стали после закалки от 1000 °С в воду, деформации  $e = 2,32$  и старения при 500 °С, 1 ч (*б* – темнопольное изображение в рефлексе  $\alpha$ -фазы  $(110)_\alpha$ )

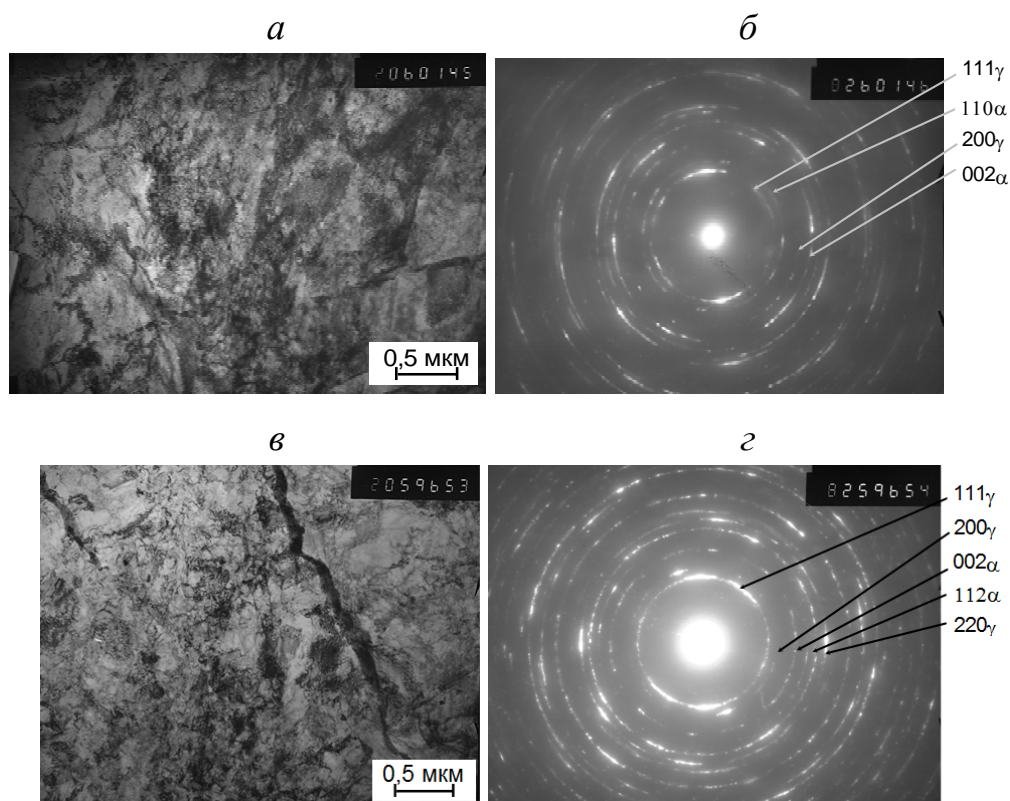
### 3. Давление со сдвигом

Данный вид ИПД проводили на установке сложного нагружения Бриджмена. Образец помещали между неподвижной верхней и подвижной нижней вращающейся наковальней. Большие степени деформации достигаются на образце за счет поворота подвижной наковальни на соответствующий угол. Из проволоки толщиной 5 мм нарезают диски толщиной 1 мм. После деформации диски имели разную конечную толщину, определяемую величиной давления и сдвига.

Электронно-микроскопические исследования, проведенные на образцах, подвергнутых интенсивной пластической деформации сжатием под давлением, показали наличие упругих полей напряжений, увеличение плотности дислокаций с образованием дисперсных субструктур и появлением мартенсита деформации (рис. 4). С увеличением степени деформации образуются более дисперсные кристаллы мартенсита, что способствует возрастанию микротвердости с 210 HV в закаленном состоянии до 583 HV в деформированном (табл. 3). Количество мартенсита деформации увеличивается, его пластины разбиваются, появляется ультрамелкозернистая структура с частицами порядка 50-200 нм. Несмотря на то, что истинная деформация при давлении сдвигом была значительно больше ( $\epsilon \approx 6$ ), чем при волочении, не наблюдалось столь существенного измельчения. Это связано с тем, что мартенситное превращение протекает при растяжении заметно интенсивнее, чем при сжатии, т.к. приложение сжимающих напряжений препятствует процессу  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения.

Таблица 3. Влияние ИПД на фазовый состав и микротвердость аустенитной стали

Режим обработки	HV, МПа	Фазовый состав, %	
		$\alpha$	$\gamma$
P = 8 ГПа 5 оборотов	538	87	13
P = 8 ГПа 8 оборотов	583	91-100	9-0
P = 8 ГПа 5 оборотов + старение 500 °С, 1 ч.	824	87	13
P = 8 ГПа 8 оборотов + старение 500 °С, 1 ч.	916	$\approx 100$	-



**Рис. 4.** Структура стали после ИПД давлением со сдвигом:

*а, б* –  $P = 8$  ГПА и  $n = 5$  оборотов, *в, з* –  $P = 8$  ГПА и  $n = 8$  оборотов

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенные исследования показали, что сталь 03X14H11K5M2ЮТ характеризуется термической стабильностью в широком интервале температур и деформационной нестабильностью, также высокой пластичностью и технологичностью, что позволяет использовать для достижения высокопрочного состояния все рассмотренные методы ИПД.

Выбор способа ИПД должен быть обусловлен конкретной задачей, формой и размерами конечной детали. С этой точки зрения, деформация волочением является наилучшим вариантом для получения длинномерных проволочных заготовок, предназначенных для производства микрохирургических игл или пружин для точного машиностроения. РКУП также может быть применено для данной цели, только с учетом последующей формообразующей обработки (механической, либо обработки давлением). Давление со сдвигом практической направленности не имеет, однако,

позволило оценить потенциальную возможность материала деформироваться в условиях ИПД сжатием.

Последеформационное старение (для каждого из рассмотренных видов ИДП) приводит к дополнительному существенному повышению прочностных свойств за счет выделения из ОЦК-твердого раствора (мартенсита деформации) частиц NiAl.

## **СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ**

1. Валиев Р.З., Корзников А.В., Мулюков Р.Р. Структура и свойства металлических материалов с субмикрокристаллической структурой // ФММ. 1992. № 4. С.70-86.
2. Валиев Р.З., Еникеев Н.А., Мурашкин М.Ю., Утяшев Ф.З. Использование интенсивных пластических деформаций для получения объемных наноструктурных металлических материалов // Изв. РАН. МТТ. 2012. № 4. С. 109-122.
3. Мальцева Л.А., Озерец Н.Н., Косицына И.И., Грачев С.В., Завалишин В.А., Дерягин А.И. Исследование формирования структуры метастабильной аустенитной стали 03X14H11K5M2ЮТ при деформационном воздействии // МиТОМ, 2008, № 10. С. 19-23.

## **ПРИЛОЖЕНИЕ**

Результаты данного исследования были представлены на конкурсе научно-исследовательских работ в рамках VI Международной школы для молодежи «Физическое материаловедение», г. Тольятти, 30 сентября – 5 октября 2013 г., автор получил Диплом победителя I этапа конкурса.

Также написаны и отправлены 3 статьи:

1. В журнал «Вестник науки ТГУ», г. Тольятти (материалы приняты на рецензию 01.10.2013 г.)
2. На XIV Международную научно-техническую школу-конференцию металловедов-молодых ученых.
3. В коллективную монографию «Инновационные технологии в металлургии и машиностроении»